(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公問番号 特開2000-63880

(P2000-63880A) (43)公開日 平成12年2月29日(2000.2.29)

デーマコート*(多考)				雙別記号	(51) IntCL'					
		DM 173/02			C 1 0 M 173/02					
		125/10								
		125/22			125/22					
		125/26			125/26					
		129/40			129/40					
) 最終頁に続く	8 OL (全11頁)	請求項の数8	審查請求 🧦							
	229697	出身人 000229		<b>特額平11-89320</b>	(21) 出願番号					
<b>主会社</b>	パーカライジング株式会	日本バ								
	都中央区日本橋 1 丁目1		30)	平成11年3月30日(1999.3.	(22)出頭日					
	康夫									
目15番1号 日本	(都中央区日本橋一丁目)	東京都	Ì	特額平10-176602	(31)優先權主張番号					
	カライシング株式会社が		B)	平成10年6月9日(1998.6.	(32)優先日					
	秀二	地明者 永田		日本 (JP)	(33) 優先權主張国					
目15番1号 日本	都中央区日本橋一丁目1	東京都	1							
	カライジング株式会社内		- !							
	91856	<b>党理人 1000918</b>	ļ							
	土 坂口 昇遊	<b>◆班</b> -f-	1							

# (54) 【発明の名称】 金属材料の塑性加工用資情所組成物

# (57)【要約】

【課題】 塑性加工における潤滑剤として、リン酸塩による下地皮膜を必要とせず、水系で、浸漬またはスプレーにより付着させた後、乾燥する簡便な工程で優れた潤滑性を付与する、金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物を提供する。

【解决手段】 (A)合成樹脂、(B)水溶性無機塩および水を含有し、(B)/(A)(固形分重量比)が0.25/1~9/1であって、合成樹脂が溶解または分散している、金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。該組成物にはさらに滑剤、固形潤滑剤、低圧添加剤を含有させることができる。

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 合成樹脂、(B) 水溶性無機塩および水を含有し、(B) /(A) (固形分重量比)が0.25/1~9/1であって、合成樹脂が溶解または分散している、金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

【請求項2】 滑列として、金属石けん、ワックス、ポリテトラフルオロエチレンおよび油よりなる群から選ばれる少なくとも一種を1~20重量%含有する、請求項1記載の金属材料の塑性加工用潤滑利組成物。

【請求項3】 水溶性無機塩が硫酸塩、ホウ酸塩、モリブデン酸塩、バナジン酸塩およびタングステン酸塩よりなる群から選ばれる少なくとも一種である、請求項1または2配載の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

【翻求項4】 合成樹脂がポリビニルアルコール、ポリビニルビロリドン、アクリル系樹脂、酢酸ビニル樹脂、エボキシ樹脂、ウレタン樹脂およびフェノール系樹脂よりなる群から選ばれる少なくとも一種である、請求項1~3のいずれかに記載の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

【請求項5】 成分(A)としてウレタン機関を固形分として0.3~10.0度量%および成分(B)としてホウ酸塩を1.0~10.0度量%含有し、さらに滑剤を含有する請求項1記載の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

【請求項6】 滑剤として、金属石けん、ワックス、ボリテトラフルオロエチレンおよび油よりなる群から選ばれる少なくとも一種を1~20重量%含有する、請求項5記載の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

【請求項7】 固体潤滑剤として、二硫化モリブデン、 風鉛、窒化ホウ素、雲母およびフッ化風鉛よりなる群か ら選ばれる少なくとも一種を1~20度量%含有する、 請求項1~6のいずれかに配載の金風材料の塑性加工用 潤滑剤組成物。

【請求項8】 極圧添加剤として、硫黄系極圧添加剤、 有機モリブデン系極圧添加剤、リン系極圧添加剤および 塩紫系極圧添加剤よりなる群から選ばれる少なくとも一 機を0.5~5重量%含有する、請求項1~7のいずれ かに記載の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、認清性に優れる、鉄鋼、チタン、アルミニウム等の金属材料の塑性加工用 潤滑剤組成物に関する。より詳しくは、本発明は塑性加工を行う際、被加工物にスプレーまたは浸漬により塗布 した後、直ちに乾燥するという簡便な工程で、優れた潤 滑性を有する皮膜を形成する、金属材料の塑性加工用潤 滑剤組成物に関する。

## [0002]

【従来の技術】一般に金属材料の塑性加工では、被加工材と工具との金属接触により生ずる摩擦を低減し、焼き

付きやかじりを防止する目的で、液状または固体状の潤 滑剤が使用されている。使用される潤滑剤は使用方法で 大きく二つに分けることができる。一つは、金凤表面に 物理的に付着させる潤滑剤で、もう一つは化学反応によ り金属表面にキャリア皮膜を生成させた後、滑剤を付着 させる潤滑剤である。前者の潤滑剤としては、鉱油、植 物油または合成油を基油にして極圧剤を添加したもので 金属表面に付着後そのまま塑性加工を行うタイプのもの や、金属石けん、黒鉛または二硫化モリブデン等の固体 潤滑剤をバインダー成分と共に水に分散させたもので、 金属表面に付着後乾燥させた後に塑性加工を行うタイプ のもの等がある。これらの潤滑剤は使用方法が整布や没 **液によるため簡便である、液管理もほとんど必要がない** などの利点があるため、比較的軽い塑性加工の場合に使 用されることが多い。他方、後者の潤滑剤による処理は いわゆる化成皮膜処理と呼ばれるものであり、化学反応 により金属表面にキャリアとしての役割を持つリン酸塩 皮膜を生成させた後、滑剤としてステアリン酸ナトリウ ムやステアリン酸カルシウム等の反応石けんまたは非反 応石けんによる処理が行われる。このタイプは、キャリ アとしての化成皮膜と滑剤としての金属石けんとの二層 構造を持っており、非常に高い耐焼き付き性を示す。そ のため潤滑剤として伸線、伸管、鍛造などの塑性加工分 野において非常に広い範囲で使用されてきた。

【0003】しかしながら、リン酸塩処理は化学反応であるため、複雑な被管理が必要であり、さらに形成される化成皮膜上に滑剤を塗布するため、水洗や酸洗いまでを含めると多数の処理工程が必要である。また、処理の際に使用される水洗水や化成皮膜から多量の廃液が出ることおよび化学反応を制御するため加温が必要であることから、設備投資や採案に多額の費用がかかる。

【0004】このような問題点を解決するためコストのかかるリン酸塩処理の代替のために、前述の物理的な方法による潤滑膜の性能を化成処理と同等な程度に向上させる努力がなされている。かかる努力の結果として、油系の潤滑剤または水系の潤滑剤を使用する方法が提案されている。油系潤滑剤としては、特公平4-1798号公報に、「塩素化パラフィン、燥酸エステル等の極圧剤とイソブチレン・n-ブテン共重合物と動植物等を配合した潤滑油に金属石けんや固体潤滑剤を配合した冷間加工用潤滑剤」が開示されている。しかしながら、これらの高性維耐滑剤であっても、化成皮膜処理後反応石けん潤滑処理を行う潤滑法との比較では加工性にやや難があり、また極圧波加剤を使用しているために加工時に臭気が発生するという欠点がある。

【0005】また水系潤清剤の場合には、湿式のままで使用するものと、乾式皮膜として使用するものがあるが、湿式のまま使用する水系潤滑剤は前配の油系潤滑剤のように工具あるいは加工材料に直接流しかけて使用されるものであり、乾式皮膜として使用する水系潤滑剤と

### (3) 图2000-63880 (P2000-638L

は前記化成皮限のように処理権に浸漬処理した後乾燥工程で水分を蒸発させ固体皮膜を得るものである。前者としては、特公昭58-30358号公報に「炭酸水素塩(固形物)を主成分とし、これに少量の分散剤と界面活性剤と固体潤剤とを加えた金以管の冷間乃至温間加工用潤滑剤」が開示されているが、化成皮膜処理に代わって広く使用されるまでには至っていな性エッルによりまととては、「水溶性高分子またはその水性エッルをととなけ、「水溶性高分子とた成皮膜形成剤とを配合した乳滑剤組成物」(特開昭52-20967号公報)等が示されているが、化成皮膜処理に匹敵するようなものは得られていない。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記従来技術の抱える問題を解決するためのものであり、塑性加工における潤滑剤として、リン酸塩による下地皮膜を必要とせず、水系で、没漬またはスプレーにより付着させた後、乾燥する簡便な工程でリン酸塩処理法に匹敵する潤滑性を有する金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物を提供することを目的とする。

#### [0007]

【親題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決するため飲意研究を行った結果、合成樹園と水溶性無機塩とを含有する水溶液または水分散液に金属板を浸渡し乾燥するとと、非常に密音性の良い強弱な皮膜が得られることを見出した。さらにこの水溶液または水分散液中に滑州や固体潤滑剤などを含ませることにより、得られる皮膜に優れた流滑性能を付与することができることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明の金属材料の塑性加工用 潤滑剤組成物は、(A)合成樹脂、(B)水溶性無機塩 および水を含有し、(B)/(A)(固形分重量比)が 0.25/1~9/1であって、合成樹脂が溶解または 分散していることを特徴とする。本発明の金属材料の塑 性加工用潤滑剤組成物には、さらに滑剤成分として、金 **尽石けん、ワックス、ポリテトラフルオロエチレンおよ** び油よりなる群から選ばれる少なくとも一種を1~20 重量%含有させるのが好ましい。前記水溶性無機塩とし ては、硫酸塩、ホウ酸塩、モリブデン酸塩、バナジン酸 塩およびタングステン酸塩よりなる群から選ばれる少な くとも一種が好ましい。前配合成樹脂としては、ポリビ ニルアルコール、ポリビニルピロリドン、アクリル樹 脂、酢酸ビニル樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂およ びフェノール系樹脂よりなる群から選ばれる少なくとも ー種が好ましい。本発明組成物において、成分(A)と 成分(B)の好ましい組合せは成分(A)がウレタン樹 脂で成分(B)がホウ酸塩である組合せである。すなわ ち、本発明組成物の好ましい態様は、成分(A)として ウレタン樹脂を固形分として0.3~10.0重量%お よび成分 (B) としてホウ酸塩を1.0~10.0重量 %含有し、さらに滑剤を含有する上配した金瓜材料の塑性加工用潤滑剤組成物である。本発明組成物には、さらに固体潤滑剤として、二硫化モリブデン、黒鉛、ポリテトラフルオロエチレン、選化ホウ素、雲母およびフッ化 風船よりなる群から選ばれる少なくとも一種を1~20 重量%含有させるのが好ましい。また本発明組成制には、さらに、極圧添加剤として、硫黄系低圧添加剤、有機モリブデン系極圧添加剤、リン系極圧添加剤よび塩素系低圧添加剤よりなる群から選ばれる少なくとも一種を0.5~5重量%含有させるのが好ましい。
[0009]

【発明の実施の形態】以下、本発明をより詳細に説明す る。本発明の金国材料の塑性加工用潤滑剤組成物に使用 される(A)合成樹脂は、塑性加工に耐える密着性およ び皮膜強度を有する皮膜を形成し得るものであれば特に 限定されず、例えばポリビニルアルコール、ポリビニル ピロリドン、アクリル系樹脂、酢酸ピニル樹脂、エポキ シ樹脂、ウレタン樹脂およびフェノール系樹脂を使用で きる。使用する樹脂は水溶性または水分散性のどちらで も使用できるので、使用目的により選択するのが好まし い。例えば、塑性加工後に脱膜が必要な場合は水溶性合 成樹脂を、耐水性が必要であれば水分散性合成樹脂を選 択することができる。本発明で使用する合成樹脂は本発 明組成物中に溶解しているか分散している。分散のため 必要に応じ公知の界面活性剤を用いることができる。ポ リビニルアルコールはポリ酢酸ビニルを加水分解して製 這されるが、完全加水分解物のみならず50%以上の加 水分解度のものも使用可能である。本発明でポリピニル アルコールは50モル%以上のビニルアルコール単位と エチレン単位からなる共重合体も含むものとする。ポリ ビニルアルコールの分子量はゲルバーミエーションクロ マトグラフィーで測定した場合、300~2,000で あることが好ましい。 ポリビニルピロリドンはNービニ ルー2-ピロリドンを重合して得られる。ポリビニルビ ロリドンの分子量はゲルパーミエーションクロマトグラ フィーで測定した場合、500~1,000であること が好ましい。

【0010】アクリル系樹脂はアクリル系モノマーの少なくとも一種を重合して得られるものが挙げられる。アクリル系モノマーとしては、メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、イソプロピルメタクリレート、ローブチルアクリレート、ローブチルスタクリレート、ローブチルスタクリレート、ローブチルスタクリレート、ローブチルアクリレート、オクチルアクリレート・メトト、エトキルスチルアクリレート、メトキシエチルアクリレート、エトト、エトト、メトキシメチルアクリレート、エトキシエチルアクリレート、エトキシスチルスタクリレート、メトキシエチルメタクリレート、エトキシエチルメタクリレート、エトキシエチルメタクリレート、エトキシエチルメタクリレート、エトキシエチルメタクリレート、エトキシエチルメタクリレート、メトキシブチルアクリレート

### (4) 開2000-63880 (P2000-638JL

等の低級アルコキシ低級アルキル(メタ)アクリレー ト:2ーヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、3ー ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート等のヒドロキ シ低級アルキル (メタ) アクリレート; アクリルアミ ド、メタクリルアミド; N-メチロールアクリルアミ ド、N-メチロールメタクリルアミド、N-ブトキシメ チルアクリルアミド、Nープトキシメチルメタクリルア ミド等のN-非置換もしくは置換(特に低級アルコキシ 置換) メチロール基を有する (メタ) アクリルアミド: ホスホニルオキシメチルアクリレート、ホスホニルオキ シエチルアクリレート、ホスホニルオキシプロピルアク リレート、ホスホニルオキシメチルメタクリレート、ホ スホニルオキシエチルメタクリレート、ホスホニルオキ シプロピルメタクリレート等のホスホニルオキシ低級ア ルキル (メタ) アクリレート: アクリロニトリル; アク リル酸、メタクリル酸等が挙げられる。本発明において はアクリル系樹脂は、上記のごときアクリル系モノマー の少なくとも一種とスチレン、メチルスチレン、酢酸ビ ニル、塩化ビニル、ビニルトルエン、エチレン等の他の エチレン性モノマーの少なくとも一種との共重合体であ ってアクリル系モノマー単位を30モル%以上含有する ものをも包含するものとする。アクリル系樹脂の分子量 はゲルバーミエーションクロマトグラフィーで測定した 場合、1,000~1,000,000、特に100, 000~600,000であることが好ましい。

【0011】酢酸ビニル樹脂は酢酸ビニルの重合によって得られる。 本発明では酢酸ビニル樹脂はボリ酢酸ビニ

ル樹脂中の酢酸ビニル単位が50%未済加水分解された ものも包含するものとする。また本発明で酢酸ビニル樹 脂は酢酸ビニルとエチレンとの共重合体(酢酸ビニル単 位50モル%以上)も包含するものとする。 酢酸ビニル 樹脂の分子量はゲルバーミエーションクロマトグラフィ ーで測定した場合、200~2,000であることが好 ましい。エポキシ樹脂としては、ピスフェノール類、特 にビスフェノールA(2、2ービス(4 - - ヒドロキシ フェニル) プロパン) とエピクロルヒドリンとを反応さ せて得られる、ビスフェノール型エポキシ樹脂、特に下 記式で表わされるピスフェノールA型エポキシ樹脂をま ず挙げることができる。他の例として、フェノールノボ ラック樹脂のフェノール性水酸基をグリシジルエーテル 化したノボラック型エポキシ樹脂、芳香族カルボン酸の グリシジルエステル、エチレン性不飽和化合物の二重結 合を過酸でエポキシ化した過酸エポキシ型等を挙げるこ とができる。さらに、上記のごときエポキシ樹脂の樹脂 骨格にエチレンオキシドまたはプロピレンオキシドを付 加したもの、多価アルコールのグリシジルエーテル型等 も挙げることができる。これらの中でピスフェノールA 型エポキシ樹脂を用いるのがもっとも好ましい。エポキ シ樹脂の分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラ フィーで測定した場合、350~5.000であること が好ましい。

[0012] [化1]

【0013】ウレタン樹脂は、ウレタン結合(NHCO O)を有する合成樹脂であり、ウレタン樹脂としては、 一般にイソシアネート基を2個以上有するポリイソシア ネート化合物と活性水素基を2個以上有するポリオール との重付加反応によって得られるものを用いることがで きる。かかるポリオールとしてはポリエステルポリオー ルおよびポリエーテルポリオールが挙げられる。ポリエ ステルポリオールとしては、例えば、エチレングリコー ル、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、 1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレング リコール、ネオペンチルグリコール、1,2-プチレン グリコール、1.3-ブチレングリコール、1.4-ブ チレングリコール、3-メチルペンタンジオール、ヘキ サメチレングリコール、水流ビスフェノールA、トリメ チロールプロパン、グリセリン等の低分子量のポリオー ルと、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、セバチン 酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリ

ット酸、テトラヒドロフタル酸、エンドメチレンテトラ ヒドロフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸等の多塩基酸と の反応によって得られる末端に水酸基を有するポリエス テル化合物が挙げられる。

【0014】また、ボリエーテルボリオールとしては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1.2ープロピレングリコール、1.3ープロピレングリコール、1.3ープチレングリコール、1.4ープチレングリコール、3ーメチルペンタンジオール、ヘキサメチレングリコール、ピスフェノールA、水紙ビスフェノールA、トリメチロールでロバン、グリセリン等の低分子量なはプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ボリエチレングリコール、ボリエールになる大きのエチレンオキシドおよびノまたはプロピレングリコール、ボリエートル、ボリオアロラクトンボリオール、ボリオアロラクトンボリオール、ボリオアロラクトンボリオール、ボリカアロラクトンボリ

オール、ボリオレフィンポリオール、ボリブタジエンボリオール等が挙げられる。

【0015】 またポリイソシアネートとしては、脂肪 族、脂原式および芳香族ポリイソシアネートが挙げら れ、具体的には、テトラメチレンジイソシアネート、ヘ キサメチレンジイソシアネート、リジンジイソシアネー トエステル、水添キシリレンジイソシアネート、1、4 -シクロヘキシレンジイソシアネート、4,4° クロヘキシルメタンジイソシアネート、2、4 ゚ージシ クロヘキシルメタンジイソシアネート、イソホロンジイ ソシアネート、3、3 ージメトキシー4、4 ービフ ェニレンジイソシアネート、1.5-ナフタレンジイソ シアネート、1、5ーテトラヒドロナフタレンジイソシ アネート、2、4ートリレンジイソシアネート、2、6 ートリレンジイソシアネート、4,4゚ージフェニルメ タンジイソシアネート、2,4 ゚ージフェニルメタンジ イソシアネート、フェニレンジイソシアネート、キシリ レンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソー シアネート等が挙げられる。ウレタン樹脂の分子量は、 ゲルパーミエーションクロマトグラフィーで選定した場 合、500~500,000であることが好ましい。 【0016】フェノール樹脂としては、フェノール、ク レゾール、キシレノール等のフェノール類の少なくとも 一種とホルムアルデヒドとの反応によって得られるもの が挙げられ、ノボラック型樹脂、レゾール型樹脂のいず れであっても良い。ノボラック型樹脂を使用する場合に は硬化剤としてヘキサメチレンテトラミン等を共存させ る必要がある。フェノール樹脂皮膜は後述の乾燥工程で 硬化する。フェノール樹脂の分子量については特に制限 はない.

【0017】これらの各種合成樹脂して市販のものを用いることはもちろ人可能であり、その場合、一般に、合成樹脂が水溶性の場合水溶液として入手することができ、合成樹脂が水不溶性の場合、後述する、滑剤を分散させるために使用する場合の界面活性剤と同様の界面活性剤で水に分散させた分散液として入手することができる。

【0018】次に水溶性無機塩(B)は、乾燥により合成樹脂と共に均一な皮膜を生成することで、皮膜に硬さと強度を付与するために抵加している。そのため選ばれる水溶性無機塩は溶液中で均一に溶解し、乾燥時に合成樹脂と均一に折出することにより皮膜の強度を高める性質を持つことが必要である。そのような性質の水海、低場塩として、硫酸塩、よりなる群から選ばしなりなる。なりなくとも一種を使用することが好ましい。一例として硫酸ナトリウム、孤酸カリウム、ホウ酸ナトリウム(四ホウ酸ナトリウム等)、ホウ酸カリウム(四ホウ酸カリウム等)、ホウ酸アンモニウム(四ホウ酸ナンモニウム等)、モリブデン酸ナ

トリウム、タングステン酸ナトリウム、バナジン酸ナト リウムなどが挙げられる。これらは単独で用いても良い し、2種以上組み合わせて用いても良い。

【0019】本発明での合成樹脂(A)と水溶性無機塩 (B) との重量比(固形分重量比)(B)/(A)は 0. 25/1~9/1であることが必要である。 該重量 比が0.25/1未満であると皮膜の硬度が十分でな く、金属材料にかじりや焼き付きが発生する。また該重 **量比が9/1を超えると皮膜の密着性および追随性が低** 下し、加工時に皮膜が脱落しやすくなり潤滑性が低下す る。上記重量比 (B) / (A) は好ましくは0.3/1 ~8/1であり、さらに好ましくは0.5/1~7/1 である。形成される皮膜の性質は水溶性または水分散性 合成樹脂と水溶性無機塩との重量比で調整が可能であ り、加工または摺動部位の厳しさに応じ最適な重量比が 存在する。すなわち水溶性無機塩の割合を多くすると皮 膜の硬度が上昇し、耐加重性能が向上するが、皮膜の密 着性が低下する。例えば、塑性加工で閉塞鍛造のように 加工が厳しい場合は水溶性無機塩の添加量を多くするほ うが良い。具体的には合成樹脂(A)と水溶性無機塩 (B)との重量比(固形分重量比)(B)/(A)は 1.5/1~9/1にするのが好ましく、2/1~8/ 1にするのがより好ましく、2/1~7/1にするのが さらに一層好ましい。また薄板のプレス加工のような場 合には皮膜の追随性が大きい方が良いので水溶性無視塩 の割合を少なくするほうが良く、この重量比は0.25 /1~2/1であるのが好ましく、0.3/1~2/1 であるのがさらに好ましい。

【0020】合成樹脂及び水溶性無機塩の配合量については、両者の合計(固形分合計)が本組成物の1~20 重量%になるようにするのが好ましく、1~15重量% になるようにするのがより好ましく、3~10重量%になるようにするのがさらに一層好ましい。

[0021]本発明の金属材料の整性加工用潤滑剤組成物を金属材料表面上に適用するに際し、塑性加工が一段階の塑性加工である場合には、上記の成分(A)、

(B) 及び水よりなる組成物にはさらに、必要に応じ滑削成分、固体潤滑剤および/または極圧液加剤を含有させ、それを金属材料に適用するのが好ましいが、塑性加工が多段階の塑性加工(例えば伸慢や鋭遠での多段加工)である場合には、上記の成分(A)、(B)および水よりなる組成物を金属材料に強布し、乾燥して生成させた皮膜をキャリアとして、その上に各段の加工毎にさらに、必要に応じ滑削成分、固体潤滑剤および/または極圧添加剤を強布して(例えば張りかけて)、塑性加工を行うのが好ましい。

【0022】したがって、本発明の金属材料の塑性加工 用潤滑解組成物は、特に金属材料の一段階の塑性加工に 供する場合には、または多段加工の場合でも望まれる場 合にはさらに、必要に応じ滑剤成分、固体潤滑剤および

/または極圧添加剤を含有しているのが好ましい。上記 成分中、滑刺成分は、通常、該組成物中に含有させるの が好ましい。かかる清剤成分としては、水溶液中で安定 でなおかつ皮膜強度を落とさないものが望ましく、その ようなものとして金属石けん、ワックス、ポリテトラフ ルオロエチレンおよび油が挙げられる。具体的には、金 質石けんとしては、例えば、ステアリン酸カルシウム、 ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸パリウム、ス テアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛等、ワックスと しては、例えば、ポリエチレンワックス、ポリプロピレ ンワックス、カルナウバロウ、ミツロウ、パラフィンワ ックス等、ポリテトラフルオロエチレンとしては、重合 度例えば100万~1、000万程度のポリテトラフル オロエチレンを挙げることができる。また、油としては 植物油、鉱物油、合成油等を使用でき、例えば、植物油 としてはパーム油、ひまし油、菜種油、ひまし油等を、 鉱物油としてはマシン油、タービン油、スピンドル油 等、合成油としてはエステル油、シリコーン油等を挙げ ることができる。これらは水ディスパージョンや水エマ ルジョンの形態で他成分と混合して本組成物中に含有さ せるのが良い。滑剤は本発明組成物中に通常分散または 乳化している。

【0023】滑剤の配合量は1~20重量%とするのが 好ましく、1~10重量%とするのがより好ましく、2 ~7重量%とするのがさらに一個好ましい。配合量が1 重量%未消であると皮膜の摩擦が大きくなり焼付きが発生し易くなり、20重量%を超えると皮膜の密替性が低下する。

【0024】上記成分(A)、成分(B)、滑剤および 水を含有する本発明組成物の好ましい態模は、(A)ウ レタン協脂を固形分として0.3~10.0重量%、 (B) ホウ酸塩を1.0~10.0重量%、滑剤および 水を含有し、(B)/(A)(固形分重量比)が0.2 5/1~9/1である、金属材料の塑性加工用潤滑剤組 成物である。ウレタン樹脂に関し、0、3重量%以上は 皮膜の密着性の低下を防ぐ観点からの好ましい値であ り、10.0重量%以下は皮膜硬度が低下し傾付きが発 生するのを防ぐ観点からの好ましい値である。またホウ 酸塩に関し、1.0重量%以上は皮膜の硬度が不十分と なり金属材料にかじりや焼付きが発生するのを防ぐ観点 からの好ましい値であり、10.0重量%以下は皮膜の 密若性や皮膜の伸び性が低下し、加工時に皮膜が脱落し 易くなり、それによって潤滑性が低下するのを防ぐ観点 からの好ましい値である。この態様においても、滑剤の 種類およびその配合量は上配と同様で良い。

【0025】加工が厳しい塑性加工では本発明組成物中にさらに固体潤滑剤を含有させることが好ましい。かかる場合の固体潤滑剤としては、皮膜中に安定して存在し、高い荷重での潤滑を助ける働きがあるものが望ましい。そのようなものとして、黒鉛、二硫化モリブデン、

簡化ホウ素、フッ化風鉛、餌母等が挙げられる。該固体 潤滑剤の配合量は1~20重量%とするのが好ましく、 1~10重量%とするのがより好ましく、1~5重量% とするのがさらに一層好ましい。配合量が1度量%未満 では弱焼付き性が不十分となる恐れがあり、20重量% を超えると密容性が低下する恐れがある。

【0026】加工がさらに厳しい塑性加工では上記組成 物中にさらに極圧添加剤を含有させることが好ましい。 かかる場合の極圧添加剤としては、皮膜中で安定で、加 工により、工具と金属との接触面で極圧効果を発揮する ものが好ましい。そのようなものとして、硫化オレフィ ン、砬化エステル、サルファイト、チオカーポネート、 塩業化脂肪酸、リン酸エステル、亜リン酸エステル、モ リブデンジチオカーバメート (MoDTC)、モリブデ ンジチオホスフェート(MoDTP)、亜鉛ジチオホス フェート (ZnDTP) 等の硫黄系極圧添加剤、有機モ リブデン系極圧添加剤、リン系極圧添加剤および塩素系 極圧添加剤を挙げることができる。該極圧添加剤の配合 量は0.5~5重量%とするのが好ましく、1~3重量 %とするのがより好ましい。配合量が0.5重量%未満 では極圧効果が不十分となる恐れがあり、5重量%を超 えると皮膜の密着性が低下する恐れがある。

【0027】合成樹脂、滑剤、固体潤滑剤および/また は極圧添加剤を分散または乳化させるために界面活性剤 が必要な場合、かかる界面活性剤としては、非イオン性 界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、両性界面活性剤お よび隔イオン性界面活性剤のいずれをも用いることがで きる。非イオン性界面活性剤としては、特に限定されな いが、例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポ リオキシアルキレン(エチレンおよび/またはプロヒレ ン〉アルキルフェニルエーテル、ポリエチレングリコー ル(もしくはエチレンオキシド)と高級脂肪酸(例えば **炭素数12~18**)とから構成されるポリオキシエチレ ンアルキルエステル、ソルビタンとポリエチレングリコ ールと高級脂肪酸(例えば炭素数12~18)とから構 成されるポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステ ル等が挙げられる。陸イオン性界面活性剤としては、特 に限定されないが、例えば脂肪酸塩、硫酸エステル塩、 スルホン酸塩、リン酸エステル塩、ジチオリン酸エステ ル塩等が挙げられる。両性界面活性剤としては、特に限 定されないが、例えばアミノ酸型およびベタイン型のカ ルポン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、リン酸エ ステル塩等が挙げられる。陽イオン性界面活性剤として は、特に限定されないが、例えば脂肪族アミン塩、第四 級アンモニウム塩等が挙げられる。これらの界面活性剤 は各単独でまたは2種以上組み合わせて使用することが できる.

【0028】本発明の潤滑剤組成物の製造方法については、製造された潤滑剤組成物が上述の条件を満足していれば特に制限されない。例えば、水溶性無機塩の水溶液

### (7) 開2000-63880 (P2000-638JL

に水溶性または水分散性合成樹脂を加えて良く撹拌後、 任意成分としての滑列、固体潤滑列および/または極圧 添加剤を、必要に応じ界面活性剤及び水を用いて分散液 または乳化液とした後、添加し、撹拌することにより製 造することができる。

【0029】本発明の潤滑剤組成物は、鉄もしくは網、 **銷もしくは銷合金、アルミニウムもしくはアルミニウム** 合金、チタンもしくはチタン合金等の金属材料を冷間塑 性加工(伸線、伸管、鍛造等)する際に使用する潤滑剤 として用いることができる。金属材料の形状について は、棒材やブロック材等の素材だけでなく、熱面設造後 の形状物 (ギヤやシャフトトウ) の加工も考えられるの で、特に限定されない。本発明の潤滑剤組成物を塗布す るに先立って、加工する金属材料を脱脂(通常アルカリ 脱脂剤を使用することができる)、水洗、酸洗(金属材 料の酸化スケールを除去し、皮膜の密着性を高めるため に堪酸等を用いて行う)、水洗の順に前処理することに よって、表面を消浄にしておくことが好結果を得るため に好ましい。酸化スケールが付着していない場合に、酸 洗一水洗は省いても構わない。これらの前処理は常法に より行えば良い。

【0030】本発明の潤滑剤組成物は、浸漬、スプレー、流しかけ等の常法により金属材料に整布する。 堕布 は金属表面が潤滑剤組成物で十分に覆われれば良く、塩布する時間に特に割限はない。 連布後、潤滑剤組成物は乾燥する必要がある。 乾燥は常温放置でも積わないが、週常60~150℃で10~60分行うのが好査である。 本発明組成物の連布乾燥役の皮膜重量は、焼竹きを防ぐ観点から1g/m²以上であるのが好ましく、またコメーロから30g/m²以上であるのが好ましく、5~20g/m²であるのがより好ましく、8~15g/m²であるのがさらに一層好ましい。

【0031】本発明の潤滑機構については、水溶性または水分散性合成樹脂と水溶性無機塩との複合皮膜によるものと考えられる。すなわち、水溶性または水分散性樹脂と水溶性無機塩とが混合した水溶液を金属突面に付替させ、その後乾燥させる工程のため、まず水の蒸光が出り水溶液の濃度が上昇し水溶性無機塩の結晶析出が始まる。そしてその核水のさらなる蒸発により合成樹脂の増大の水溶体の場合が出して金属表面に密寄していくるので水溶性または水分散性合成樹脂はこの水溶性無機塩樹脂を均一に分散させた皮膜となる。したがって、合成樹脂の条軟性と密発性、無機塩の硬さと強度を共に兼ね偏えた皮膜が形成されるものと考えられる。

[0032]

【実施例】本発明の実施例を比較例と共に挙げることに よって、本発明をその効果と共にさらに具体的に説明す る。

### 実施例1~3、比較例1~2

表1に示す割合で剥清剤組成物を調製した。調製は水溶性無機塩を水に溶解後、フェノール協脂を溶解しよく撹拌することにより行った。この潤滑剤組成物にパウデン試験片(材質:SPC解版 150mm×75mm×1.0mm)を30秒浸漬した後、100℃で30分乾燥した。そして乾燥後の皮膜にステアリン酸カルシウム粉末(日本油脂(株)製)を全体に良く曇りかけた後、パウデン試験に供した。なお、パウデン試験潤滑剤組成物造布に先立ち試験片に以下の前処理工程(1)~

- (2)を行い、熱風乾燥した。
- (1) アルカリ脱前(日本パーカライジング(株)製ファインクリーナー4360、濃度20g/L、温度60で、没漬10分)
- (2) 水洗 常温の水道水スプレー

皮膜重量 (g/m²) は恐滑剤組成物途布前後の重量差より算出した。パウデン試験は、試験荷度5kg、試験温度室温、試験頻取5mmøとし、摩擦係数と焼付き回数(摩擦係数が0.25になるまでの密動回数)を測定した。平均摩擦係数は焼付き回数×1/2回数の前後10回の平均を測定した。

【0033】<u>実施例4~17、比較例3~6</u>

表2に示す割合で孤滑利組成物を調製した。水溶性無機 塩を水に溶解接、ウレタン樹脂、ボリビニルアルコール、フェノール樹脂またはアクリル樹脂を溶解し良く損 拌した。さらに表2に示した添加剤1(滑利)(ボリエ チレンワックスディスパージョン、ステアリン酸カルシ ウムディスパージョン、ボリテトラフルオロエチレンま たはパーム油エマルジョン)を添加規拌し、潤滑剤組成 物とした。この潤滑剤組成物にパウデン試験片(材)を3 SPC類似 150mm×75mm×1.0mm)を3 の砂浸漬した後、100でで30分乾燥し、パウデン試験 味に供した。パウデン試験およびパウデン試験片の前処 理は実施例1~3と同機に行った。

- 【0034】後方せん孔試験片は潤滑剤組成物に30秒 浸漬した後、オープンで100℃で30分放置し、完全 に乾燥させてから試験を行った。なお、後方せん孔試験 片は潤滑剤組成物塗布に先立ち試験片に以下の前処理工 程(1)~(4)を行った後、熱風乾燥した。
- (1) アルカリ脱脂: 日本パーカライジング(株) 製ファインクリーナー4360、濃度20g/L、温度60 C、浸漬10分)
- (2)水洗: 常温の水道水スプレー 30秒 (3)酸洗: 塩酸、濃度17.5重量%、温度室温、浸 漬時間10分
- (4)水洗:常温の水道水スプレー 30秒 様方せん孔試験に供した材料は市販のS45C球状化焼 絶材で、試験片の形状は直径30mmøで高さが16~ 40mmまで2mm単位で変えたものである(13水 物)。

### (8) 第2000-63880 (P2000-638JL

【0035】快方せん礼試験は、200トンクランクアレスを用い、金型をセットし外周部を拘束した円柱状試験片の上に、50%の減面率になるような直径のパンチにて上方から打ち付け、カップ状の成型物を得る方法で行った。この時プレスの下死点は試験上底部の残し代が10mmとなるよう調整した。検方せん記録は試験片を高さの低いものから順番に加工を行い、加工面に傷が入るまで試験した。評価は内面に偽が入らなかった試験片のカップ内高さを良好せん孔深さとした。

金型 : SKD11

パンチ : HAP40、ランド径21. 21mmø

試験片 : S45C、球状化焼鈍材

せん孔深さ:16、20、24、28、32、36、4

0、44、48、52、56、60mm 加工速度 :30ストローク/分 後方せん孔試験を図1に示す。

【0036】 比較例7

実施例4~10と同じバウデン試験片、後方せん孔試験 片に表2に示す条件で化成処理および反応型石けん源滑 処理に付した。得られた試験片を実施例4~10と同様 にバウデン試験および後方せん孔試験に供した。

#### 【0037】<u>実施例18~34</u>

表3に示す割合で設滑利組成物を調製した。すなわち、 実施例4~10と同様な操作を行った後、恐加利B (二 硫化モリブデン、黒鉛、窒化ホウ素、フッ化黒鉛、硫化 植物油、MoDTC、MoDTP、ZnDTPまたは亜 リン酸エステル)を昇面活性剤(ノニオン系)2重量% と水に予め混合してから添加した。皮膜処理、パウデン 試験はよび後方せん孔試験は実施例4~10と同様に行

【0038】以上の試験の結果を表1~表3に示す。表1~表3から明らかなように、本発明の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物を用いた実施例1~34は簡便な作業により優れた潤滑性を発揮することが分る。他方、本発明の範囲外の、構成要件を満たさない比較例1~6で

は、優れた潤滑性と簡便な作業性を同時に満足するもの はない。また比較例7のリン酸塩皮膜は本発明と同等の 潤滑性を示すが、工程多く簡便な設備では使用できな

【0039】なお表1~表3で使用した各成分についての説明を以下に示す。

フェノール樹脂: フェノールノボラックをアミノ化し水 溶化したもの(分子量500~6,000), ウレタン 樹脂: ボリエチレングリコール分子量1,000とヘキ サメチレンジイソシアネートとを重付加させたもの(分子量50,000以上),

アクリル樹脂: アクリル酸、メチルメタクリレートおよびnーブチルアクリレートの共産合物。 分子量15万以上、使用界面活性利ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル。

PVA:ポリピニルアルコール(分子量1,000)。 PEワックス(ポリエチレンエマルジョンワックス): エチレンの乳化重合により製造(分子量16,000~ 20,000)。

PTFE (ポリテトラフルオロエチレンワックス):住 友スリーエム製。

StCaディスパージョン (ステアリン酸カルシウムディスパージョン):中京油脂製。

バーム油エマルジョン:パーム油をポリオキシアルキレ ンアルキルフェニルエーテルで分散した。

硫化植物油:日本油脂製。

亜リン酸エステル: 堺化学製。

添加剤2 (固体潤滑剤または極圧添加剤) はいずれもポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテルで分散した。なお、各成分の重量%は成分そのものの重量%を示す。したがって例えば、水ディスパージョンの場合、水や分散させるために用いた界面活性剤は含まない。

[0040]

【表1】

(9) 開2000-63880 (P2000-638JL

表1 実施例1~3、比較例1、2

		水排在排車		内存数			200			試験結果				
			_	合成例		<b>建加热</b>	_		45	皮膜囊	B*	ל"דני	RPAL	
	_	献分	E41	域分	825	成分	ES.	#£5		(4/4)	******	man	(m)	
Ę	1	DF DEST	2	た人権的	4	-		UTORINAME.	0.50	8. 2	0.15	825	\ <del>-</del> /-	
6	2	SUTTOBOL'	4	たけば田	] 6		T	2FPD@MHADS	0.07	7. 1	0.13	482	-	
		EMPERITA	4	アメナル機能	8	-	Ι.	日内を担付を含ま	0.07	Y. 0	0.13	523	-	
		tot unito-r		727-14年		•		12752億30分割金	1.5	8. 1	0.18	212	_	
IJ	3	INCUMENT.	6.5	727-1000	4	-	Ţ-	以作用证明从要求	0.13	8. 7	0.15	128	-	
H	が被が	(かずり ()  エマルショ:  始 : 日:  エステル:	ン:バー 休然間間 呼化学園	- ム泊をが引 [ [	성 <u>회</u> ) 1971年177	: 中京柏原等 764972763-73	i Taran	L£						
H	יינו פרי	モリプデン: モリプデン: 亜鉛ジオホ	ジオホン スフェー	【フェート −ト										
	4 1	lkiv¶n6i	1 <del>41</del> 37.	P(V/) H(B/153	u-THE	より分裂した	;							

[0041]

【我2】

表2 灾難例4~17、比較例3~7

		内容處分									T	試験結果			
		木牌性無	_	合成機能		銀江刺1(	機制)	数加料 2		453			パケデン		
		晚分	222	成分	量數	成分	825	級分	A.B.		<b>法整</b> 证	***************************************	MI SEE	Marie 1	
	4	SP (SMS)-P	3	71/-14/20	1	PETTO	5		-	3	(s/a') B. 7	0.08	(国)	(EB)	
	5	わず (5)使りず	3	PVA	1	PECADA	3		<del>                                     </del>	3	9. 1	8.09	425	44	
	8	DESTRUCTOR	8	ウレタン開発	2	PETTA	5			3	11.8	0.07	623	44	
ġ	7	WY MH	3	7-7-1	1	PBD922	3		-	3	9. 2	0.09	740	44	
	a	CHARLES	3	7:1-4 11	H	800'0'-Ye	3		_	3	10.2	D.03	735	14	
_	T	K*79*39931	3	72/48	i	POT CK-Y D	Ĕ		$\vdash$	<u>š</u>	10.1	0.07	681	144	
	10	4002775	3	7904	Ť	SON OF YO	3			9	8. 7	0.08	688	44	
	Ħ	PACES Y	3	ウレタン研究	i	PETYTA	5		_	3	8. 0	9.03	688	44	
何	12	PRODUT	3	ウンチン製物	3	PROVOZ	5		$\vdash$	-	12.2	0.03	823	44	
•	13	DIGEH*	3	ウンタン製金	i	PROVOZ	H		$\vdash$	0.38	11.1	8.07	888	44	
	14	DKB/f	2	ウレタン	Ť	8C# (31-7 tr	3		<del></del>	2	8. 8	0.09	810	44	
	15	Professional.	3	ウンタン開発	i i	moraryo	3		_	0.60	8. 5	0.09	635	14	
	16	DICTION A	3	ウレタン製造	ī	PTPR	K			3	12.3	8.07	912	44	
	17	BURNA	8	ウンタン	1	N°-18078999	3		1	R	9. 6	1.63	823	44	
	3	DE TORNE	0.5	7sJ-148	1	PETTO	3		$\vdash$	9.50	9. 1	0.18	158	40	
Ħ	14	9W 11780-F	0.5	PVA	1	PETTO	3		$\vdash$	0.13	10.4	0.12	210	38	
-	15	DFDDB-F	3		-	PEDYDA	5		-	V. 10	8. 2	0.21	1 8 3	28	
	8	_	_	クレナンギョ	3	PETYZZ	1 3		-		9. 7	0.11	8 9		
K.	_	り人機可能	7 77	7777-8		USE			(Fritz)	-	5. B	0.11	0.7	42	
	۱.			アング(株)製	ı,			783	,	けんま	2. 3	0.10	409	44	
m	7			X(過度 9 Da	ا ۱۸۰			度70g/L)	湯泊7		2. 5	0.10	708	7*	
•	1			0 C. 104				C. 54	-	柳	s. 0	ı			

[0042]

(10) #2000-63880 (P2000-638JL

表3 英數例18~34

		PRINT									<b>艾琳</b> 精明				
		本語性無模塩 合成炭脂			推加剂1	華和別1【柳柳】   種血剤2			4337	A*f		デン	2214		
		鐵街	225	場分	125	<b>1</b>	241	18.5)	223		使業金(g/w²)			(30)	
	18	DY EDIENT	3	ルー製剤	1	PETTO	3	-84(PT)	2	3.00	11.2	0.15	822	48	
Ш	19	DE DENT	8	72/48	1	PETTO	1.3		2	8.00	10.8	0.12	882	148	
	M	DESMONT	3	PVA	Ť	PETTA	3	BN	2	3.00	11.1	0.17	686	144	
	25	PERMIT	7	PVA	ī	PEワックス	3	ファ化屋的	2	7.00	U.I	0.18	624	144	
	22	DY DIEDY	3	PVA	T	PETTA	3	- 現化物的	ī	3.00	9. 8	0.11	812	14	
	罩	ST STATE Y	3	PVA	1	PKワックス	3	MoDTC		8.00	9. 2	0.14	741	44	
舆	14	nromer.	3	PVA	T	PETTTA	3	MoDTP		3.00	9. 1	0.15	818	44	
	×	orrant.	8	7995	1	PETTO	8	EnDTP	1	2.00	8. 2	0.11	589	44	
	25	THE PROPERTY AND ADDRESS OF THE PERSON ADD	В	フタリル中間	1	PRワックス	3	-ENTY)	2	6.00	11.5	3.16	854	4.8	
-	27	ドラン田1934	6	7715	1	PBワックス	3	-MARTY	2	8.00	11.7	0.17	727	48	
	2	- AND STATE	6	7974	1	PETTI	8	CELETY)	2	6.00	19.7	0.16	818	48	
ø	29	J9082-1"	3	ウレタン保管	13	PEDODA	3	ALAS	2	1	13.3	0.12	823	48	
•	20	EXCEP+*	3	ウレタン保管	3	PEDDDA	3	二世代行アアフ	2	1	9. 2	0,11	624	48	
	11	19001-1	3	クレタン製業	3	アドワックス	9	益化ホウ素	2	1	10.3	0.12	521	48	
	¥	IMBH"	3	ウレタン食器	8	PEワックス	8	単42個対象	2	1	9. 3	0.08	612	144	
	23	HORY!	3	ウンタン	3	PBワックス	3	MoDTC	1	1	10.8	0.10	441	44	
	34	EPHE-F	3	ウレタン教育	3	PRワックス	3	ZaDTP		1	9. 3	0.00	452	44	

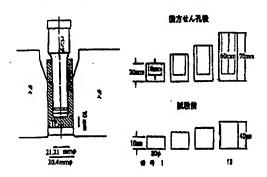
### [0043]

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明 の金属材料の塑性加工用潤滑剤組成物を用いると簡便な 処理で高い潤滑性を有する皮膜を生成することができ る。また廃棄物も少なく、作業環境も良好である。 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の塑性加工用潤滑剤組成物を用いて行った役方せん孔試験の概要を示す。

[図1]

### 鍛造用資滑剤の評価方法(後方せん孔試験)の概要



フロン	トページの続き
-----	---------

(51)Int.Cl.7	識別配号	FI	テーマコード(参考)
C 1 O M 145/04		C 1 O M 145/04	
145/14		145/14	
145/20		145/20	
147/02		147/02	

(11) #2000-63880 (P2000-638JL

149/14 159/06 159/08 // C 1 O N 10:02 10:04 10:10 10:12 40:24 149/14 159/06 159/08